5

10

15

20

25

. ..

MAR 1 9 2004 AS

WO 01/03814

11

PCT/DE00/02163

Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung von modifizierten in organischen Lösungsmitteln dispergierbaren Metalloxiden bzw. Metallaquoxiden durch Umsetzung
- (A) eines oder mehrerer Metalloxide bzw. Metallaquoxide mit einer Kristallitgröße von 4 bis 100 nm, bestimmt mittels Röntgenbeugung am 021 Reflex, und einer Partikelgröße von kleiner 1000 nm mit
- (B) einer oder mehreren organischen Sulfonsäuren, wobei
 - die organische Sulfonsäure eine Mono-, Di- oder Tri- alkylbenzolsulfonsäure ist, worin der/die Alkylreste C1- bis C6- Alkylreste sind, soweit die Umsetzung in Gegenwart eines weitgehend wäßrigen Mediums oder in Abwesenheit eines Verdünnungs- / Lösungsmittels erfolgt, oder
 - (ii) die organische Sulfonsäure zumindest 14 Kohlenstoffatome aufweist und zumindest einen aromatischen Ring aufweist, soweit die Umsetzung in Gegenwart eines organischen aprotischen oder protischen Lösungsmittels erfolgt,

wobei die Komponente (A), berechnet als Metalloxid, und die Komponente (B) in einem Gewichtsverhältnis von 98:2 bis 70:30, vorzugsweise 95:5 bis 80:20 eingesetzt werden.

- 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Metalloxide bzw. Metallaquoxide Metalloxide bzw. Metallaquoxide enthaltend Aluminium, vorzugsweise Tonerden, Tonerdehydrate, insbesondere böhmitische oder pseudoböhmitische Tonerden, Aluminiumsilikat bzw. Si/Al- Mischoxide, eingesetzt werden.
- 3. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Sulfonsäure Toluolsulfonsäure vorzugsweise p-Toluolsulfonsäure ist.
- 4. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Sulfonsäure eine organische Verbindung des Typs R-SO₃El ist, worin R ein alkylsubstituierter aromatischer Kohlenwasserstoffrest mit 16 bis 24 Kohlenstoffalomen ist.

30

WO 01/03824

12

PCT/DE00/02163

5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalloxide bzw. Metallaquoxide und die organische Sulfonsäure bei einer Temperatur von 0 bis 140 °C, vorzugsweise bei 0 bis kleiner 90 °C, in Kontakt gebracht werden.

5

6. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalloxide bzw. Metallaquoxide mit der organischen Sulfonsäure für 30 s bis 7 Tage, vorzugsweise 30 bis 90 min, und vorzugsweise unter Rühren in Kontakt gebracht werden.

10

7. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die modifizierten Metalloxide bzw. Metallaquoxide durch Sprühtrocknung, Gefriertrocknung, Mikrowellentrocknung, Trocknung in überkritischen Lösungsmitteln, Filtration, Kontakttrocknung oder Trommeltrocknung getrocknet werden.

15

8. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dudurch gekennzeichnet, daß die modifizierten Metalloxide / Metallaquoxide in organischen Lösungsmitteln Dispersionen mit Feststoffgehalten von 10 bis 35 Gew.%, bevorzugt 20 bis 30 Gew.%, dispergierbar sind.

20

- 9. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das modifizierte Tonderdehydrat durch Extrusion. Tablettierung oder Kugeltronfverfahren zu Formkörpern, verarbeitet wird.
- 25 10. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metalloxide bzw. Metallaquoxide in einem organische Lösungsmittel aufgenommen werden und dieses Lösungsmittel gegen ein zweites Lösungsmittel ausgetauscht wird.
- 11. Sulfonsäure-modifizierte Metalloxide bzw. Metallaquoxide herstellbar gemäß einem der vorhergehenden Verfahren

٠.,

20

25

30

\$ · \$

WO 01/03/124

13

PCT/DE00/02163

- 12. Metalloxid bzw. Metallaquoxid- Dispersion enthaltend die sulfonsäuremodifizierten Metalloxide / Metallaquoxide gemäß Anspruch 11 und als Dispergiermedium
- (I) nicht-protische, polare, organische Lösungsmittel;
- 5 (II) protische, polare organische Lösungsmittel mit zumindest 2 Kohlenstoff-Atomen oder
 - (III) apolare organische Lösungsmittel.
- 13. Metalloxid bzw. Metallaquoxid- Dispersion gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispersion einen Zusatz zumindest eines organischen Viskositätsstellmittels, vorzugsweise einer polymeren / oligomeren Verbindung, wie Cellulose, ein Cellulose-Derivat, ein Polyacrylat oder einem Polyvinlyalkohol, enthält.
- 14. Verfahren zur Herstellung einer Metalloxid bzw. Metallaquoxid- Dispersion gemäß Anspruch 12, durch Dispergieren eines dispergiermittelfreien / lösungsmittelfreien pulverförmigen sulfonsäure-modifizierten Metalloxides bzw. Metallaquoxides hergestellt gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10 unter Einsatz eines Dispergiermedium gemiß Anspruch 12.
 - 15. Verwendung der sulfonsäure-modifizierten Metalloxide bzw. Metallaquoxide gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das modifizierte Metalloxide / Metallaquoxide als Füllmaterial in Lösungsmittelbasierte Farben oder Lacken oder in nicht-wasserlösliche Kunststoffe eingebracht wird.
 - 16. Verwendung der sulfonsäure-modifizierten Metalloxide bzw. Metallaquoxide gemäß Anspruch 11 zur Herstellung von Beschichtungen, vorzugsweise von transparenten Beschichtungen, auf Folien, Metallen/Metalloxiden, Glas, PVC und anderen Kunststoffen.
 - 17. Verwendung der sulfonsäure-modifizierten Metalloxide Izw. Metallaquoxide gemäß Anspruch 11 zur Herstellung von Katalysatorträgern.